

Etude de l'influence de la dureté et de la microstructure du substrat sur le mécanisme d'endommagement par cloquage des dépôts PVD sous impact répété.

S. LAMRI^a, C. LANGLADE^a, G. KERMOUCHE^b

a. Laboratoire LERMPS EA 3316, UTBM, 90 010 Belfort Cedex, France

b. Université de Lyon, LTDS, UMR CNRS 5513, ENI St Etienne, France

Résumé :

Les techniques de dépôt PVD sont utilisées pour améliorer les performances mécaniques et tribologiques de pièces soumises à des sollicitations cycliques. Le comportement sous impact répété de couches minces élaborées par PVD a été étudié et un mécanisme de rupture par flambement a été identifié. Si la dureté du substrat joue un rôle dans la formation des cloques, l'analyse de l'impact par FEM a montré que la déformation plastique n'explique pas à elle seule ce phénomène. L'influence de la microstructure a également été étudiée.

Abstract :

PVD hard coatings are used to improve mechanical and tribological performance of components subjected to cyclic loading. This work proposed a study of mechanisms and models for cracking of thin hard coating under repeated impact conditions and blistering phenomena has been identified. If the hardness of the substrate plays a role in the formation of blisters, the impact analysis by FEM showed that the plastic deformation alone does not explain this phenomenon. The influence of microstructure was also studied.

Mots clefs : Dépôts PVD, test d'impact, Elément finis, fatigue superficielle , microstructure

1 Introduction

Parmi les procédés d'élaboration des revêtements durs, les technologies de dépôt en phase vapeur (PVD), plus respectueuses de l'environnement que la plupart des techniques généralement utilisées dans l'industrie, sont utilisées dans un très grand nombre de domaines, plus particulièrement pour l'amélioration des performances mécaniques et tribologiques des pièces en service soumises à des sollicitations cycliques. Les méthodes de caractérisation mécanique usuelles telles que le scratch test, les essais de frottement pion/plan et la micro/nanoindentation, sont souvent mal adaptées pour prédire à elles seules la durée de vie et les mécanismes d'endommagement en service des dépôts. C'est pourquoi différents essais ont été imaginés pour l'étude de la résistance à la fatigue superficielle des films minces, utilisant différents types de contacts et de sollicitations [1,2]. Parmi les essais de fatigue superficielle, les essais de chocs répétés semblent être les plus représentatifs des micro-chocs rencontrés dans des systèmes mécaniques et à l'origine de l'endommagement des composants [3,4].

Le travail proposé ici consiste à caractériser et à étudier le comportement sous impacts répétés de couches minces (élaborées par PVD au laboratoire). Outre les différences de comportement inhérentes à chacun des dépôts révélées par l'impact, ces essais ont permis d'identifier un mécanisme de rupture original par flambement [5-7]. Généralement, ce phénomène de cloquage est observé sur les films minces qui peuvent être le siège de très fortes contraintes internes lors de leur élaboration. Dans notre cas ces cloques sont formées par un décollement local du dépôt et un flambement sous l'action combinée des contraintes résiduelles en compression et de la compression cyclique induite sous impact.

Dans une volonté d'approfondir cette étude et obtenir une meilleure compréhension de ce phénomène, des essais d'impacts ont été réalisés sur des dépôts de CrN élaborés sur des aciers M2 de duretés différentes obtenues par traitement thermique. Une analyse par éléments finis des impacts a également été réalisée. Cependant les premiers résultats concernant les contraintes S22 développées à l'interface film/substrat durant et après l'impact n'avaient pas permis de mettre en évidence de différences significatives entre les niveaux de contraintes atteints sur les substrats traités à différents niveaux de dureté [5,6]. Des investigations complémentaires étaient donc nécessaires pour tenter de clarifier l'effet de la dureté des substrats.

2 Dispositif expérimental

Le banc de micro percussion utilisé est un dispositif de marquage industriel adapté à l'étude du comportement des matériaux sous des chocs répétés [8,9]. L'essai d'impact répété est réalisé par le biais d'un indenteur propulsé par un système électromagnétique (Figure 1). Le contrôle de l'intensité dans l'électroaimant ainsi que la hauteur initiale de l'indenteur avant l'impact permet de contrôler précisément l'énergie cinétique incidente au moment du choc. Un capteur de déplacement ultra rapide (Phltech) permet de suivre l'évolution de la position de l'indenteur avant, pendant et après le choc. La force normale induite dans le matériau testé est déterminée par le biais d'un capteur piézoélectrique (KISTLER).

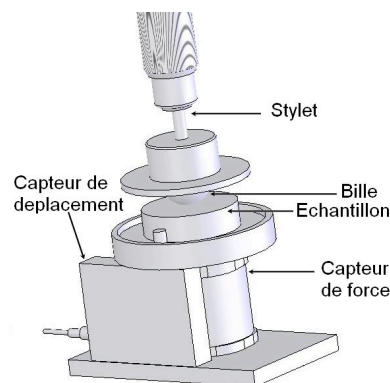


FIG. 1 : machine d'impact

3 Matériaux

Les dépôts de CrN ont été élaborés au laboratoire sur différents substrats en aciers rapide type M2 non traité (230Hv) ou traité (790 Hv). Les deux séries d'échantillons (acier non traité et traité) ont été réalisées dans les mêmes conditions. Les épaisseurs des couches ont été déterminées par profilométrie 3D optique. Le module d'Young des couches qui sera utilisé par la suite dans la modélisation du contact ainsi que la dureté ont été estimés par nanoindentation, les échantillons ont été testés en charge croissante à partir d'un nano-duromètre (MTS Nano Instruments) équipé d'un indenteur Berkovich et calibré avec un étalon de Silice ($H = 9$ GPa, $E = 72$ GPa). Leurs propriétés sont évaluées suivant la méthode d'Oliver et Pharr [10]. Des essais de scratch test ont également été réalisés afin d'évaluer la charge critique L_c de premier endommagement. Les principales caractéristiques des dépôts sont regroupées dans le tableau 1 suivant :

Echantillon	Epaisseur de dépôt	Module de Young	Dureté	L_c
CrN/M2	2,7 μm	301 \pm 12 GPa	25 \pm 2 GPa	17,9 N
CrN/HSS	2,8 μm	310 \pm 12 GPa	24 \pm 1 GPa	19,5 N

4 Résultats expérimentaux

Afin de mieux comprendre les conditions de formation des cloques observées et pouvoir contrôler leur apparition, nous avons fait le choix d'étudier dans un premier temps l'influence de la dureté du substrat. Des séries d'impact ont été réalisées sur des dépôts de CrN déposés sur le substrat M2 non traité et traité avec différentes énergies d'impact.

La figure 2a présente les résultats obtenus sur des échantillons d'acier M2 non traité revêtus du film de CrN. Les micrographies montrent clairement que le cloquage du dépôt peut survenir dès les tous premiers impacts, même pour des niveaux d'énergie d'impact très faibles ($E_c = 0,61$ mJ). De plus, on peut noter que les

premières cloques observées sont situées au centre de l'impact. On peut voir également qu'elles présentent des diamètres très similaires, sans doute liés à des conditions mécaniques de flambement uniformes dans le contact. De plus, on constate une apparition progressive des cloques au cours du temps. Ce résultat semble accréditer l'hypothèse de la fatigue oligocyclique de l'interface jusqu'à obtention d'une taille de défaut critique pour le flambement.

Des essais similaires ont également été réalisés sur des dépôts de CrN élaborés sur des aciers de type M2 traité pour obtenir une dureté de 790 Hv₅₀ (figure 2b). On constate alors que le cloquage des dépôts de CrN est beaucoup plus difficile, voire impossible à obtenir dans les conditions standard d'essai. Une série d'impact à plus forte énergie cinétique incidente a également été réalisée, sans pour autant pouvoir faire apparaître de nombreuses cloques. Il apparaît donc clairement que la déformation plastique du substrat, ici inexistante, est un paramètre essentiel dans le mécanisme de cloquage des films.

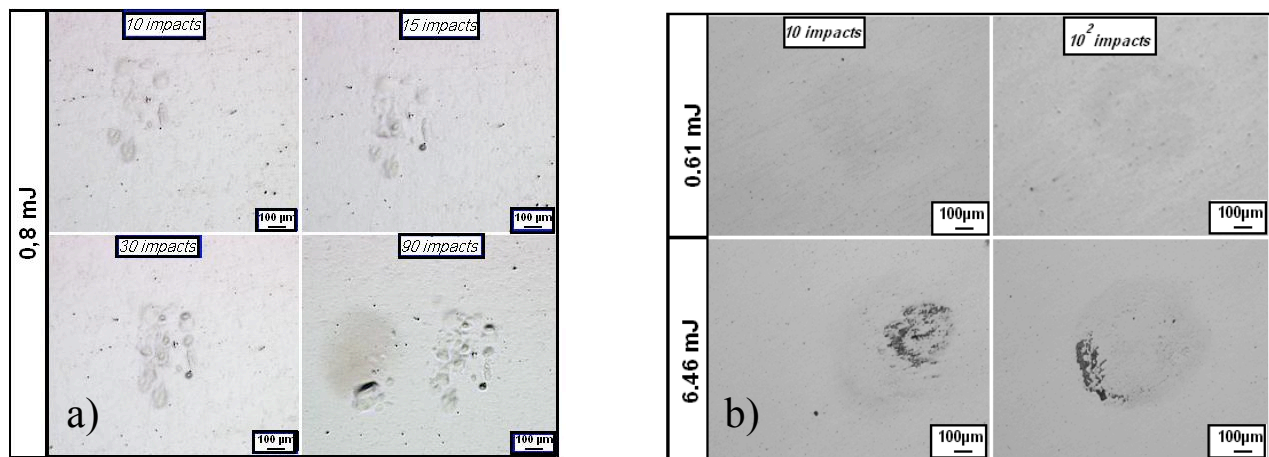


FIG. 2 : a) Evolution du phénomène de cloquage observé sur un film de CrN (substrat M2 non traité) en fonction nombre et de l'énergie d'impact. b) Endommagement observé sur un film de CrN (substrat M2 traité) en fonction nombre d'impacts pour une énergie de 0,61 mJ et 6,64 mJ

5 Résultats numériques

5.1 Présentation du modèle :

Une simulation des sollicitations mécaniques et des contraintes et déformations induites lors des chocs a été réalisée par la méthode des éléments finis (FEM) en utilisant le code de calcul abaqus. Nous avons considéré le choc successif de 10 billes rigides, chaque bille ayant un rayon de 10 mm, et de masse égale à 163,5 g. En ce qui concerne la cible, nous avons choisi de prendre en compte une couche mince de 3 µm d'épaisseur sur une surface de 1,5x2 mm². Un maillage régulier et fin autour de la zone d'impact et un maillage libre plus grossier en dehors de la zone d'impact ont été définis. En ce qui concerne les conditions aux limites, un bridage dans les directions (1 et 2) sur la face inférieure du massif a été imposé. L'axe de symétrie est bridé dans la direction (1). Pour les billes, en plus du bridage dans la direction (1), nous avons réduit toutes les rotations, ce qui permet l'économie des différents moments d'inertie. Nous avons considéré pour le substrat le plus ductile, une loi de comportement de type Hollomon $\sigma = K\varepsilon^n$ avec $K = 4500$ et $n = 0,27$ déterminée à partir d'une méthode inverse développée par F Grange [11], avec un module de Young de 210 GPa et un coefficient de poisson de 0,3. Dans le cas du substrat traité, une loi parfaitement élastique a été retenue avec les mêmes valeurs de module d'élasticité et de coefficient de poisson. Pour la couche mince, une loi de comportement parfaitement élastique avec un module de Young de 300 GPa et un coefficient de poisson de 0,25 a été utilisée.

5.2 Analyse des champs de contraintes

La figure 3a représente la cartographie des contraintes S_{xx} pour le substrat non traité (loi d'Hollomon) et juste au dessous de l'interface lors de la remontée de la bille après le 10^{ième} impact. On constate l'existence d'un

champ de contraintes de traction assez important entre 0 et 650 MPa juste au dessous de l'interface ce qui nous laisse penser que ces contraintes vont pouvoir solliciter en fatigue des défauts qui existent dans le substrat et créer des fissurations qui se propageront par la suite jusqu'à l'interface (figure 3b).

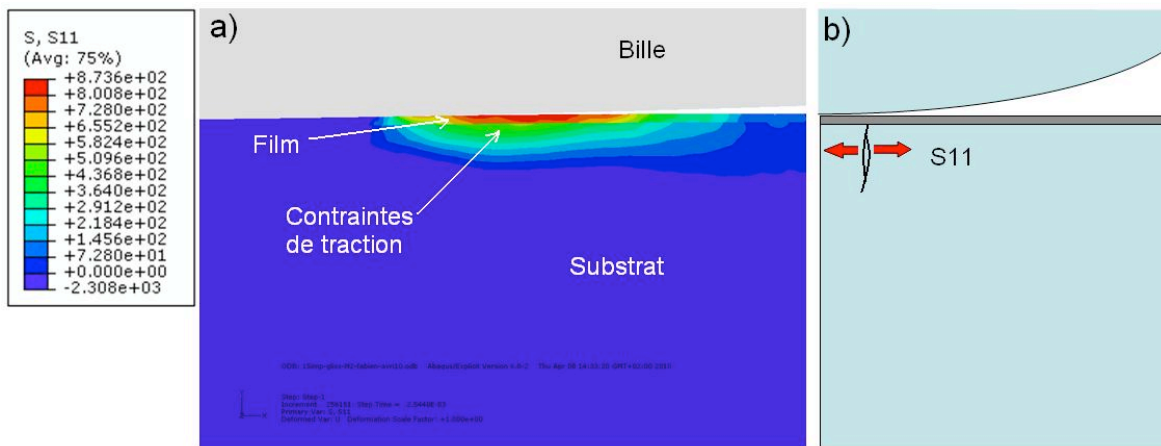


FIG. 3 : a) Cartographie des contraintes S11 au niveau du substrat à la remontée de la bille. b) propagation des microfissurations du substrat jusqu'à l'interface.

La figure 4 montre ainsi clairement la propagation d'une microfissuration depuis le substrat jusqu'à l'interface observée au MEB sur une coupe métallographique de l'empreinte laissée sur un échantillon de CrN/M2 non traité. Ces microfissurations semblent pouvoir être corrélées avec les résultats de l'analyse numérique et pourraient être le résultat de l'effet des contraintes de traction S_{11} , telles que prédites par la simulation. Une étude similaire a ensuite été menée sur les substrats traités (loi élastique). En l'absence de déformation plastique, aucune contrainte significative de type S_{11} ne se développe dans le substrat. Ceci pourrait ainsi contribuer à limiter les risques de fissuration du substrat se prolongeant à l'interface.

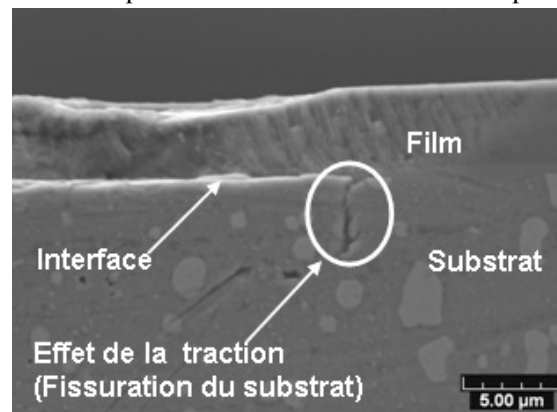


FIG. 4 : Coupe métallographique (électrons secondaires) de l'empreinte laissée sur un échantillon de CrN déposé sur un acier M2 non traité. Microfissuration sur la périphérie.

6 Influence de la microstructure

Considérant que les résultats de la simulation numérique ne permettent pas de mettre en évidence un effet clair de la plasticité du substrat, la seule analyse mécanique ne semble donc pas suffire à expliquer la différence de comportement observée en figure 2. La figure 5a représente alors la microstructure d'un substrat non traité obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) mettant en évidence l'existence de deux populations de carbures. Par analyse d'image on peut estimer que ces carbures représentent 36 % de la surface dont 8,5 % sont des carbures de Molybdène et de Tungstène et 27,5 % sont des carbures de Vanadium.

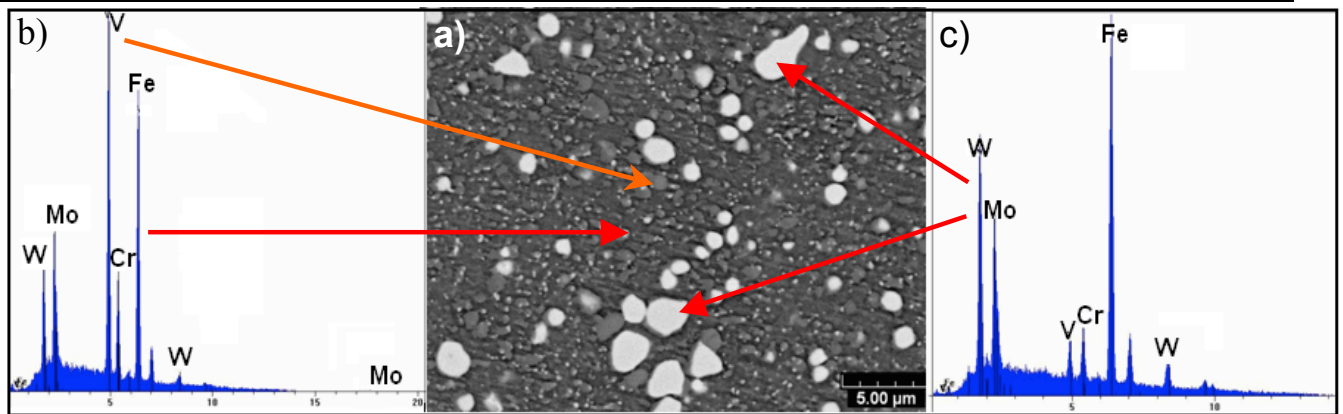


FIG. 5: a) Micrographie obtenue par MEB sur un substrat M2 non traité, (b, C) Analyses EDS des deux populations de carbures.

La présence de ces carbures en extrême surface est un élément important pour la réalisation et la tenue des revêtements PVD. Ainsi, Cekada et al [12] ont étudié les défauts de croissance dans les films PVD déposés sur des substrats en acier de type M2. Ils ont constaté que le taux de pulvérisation des carbures du molybdène et du tungstène dans les aciers à outils est supérieur à celui de la matrice, tandis que le taux de pulvérisation de carbure de vanadium est inférieur. Ces différentes vitesses de pulvérisation lors du décapage créent des défauts avec des profondeurs différentes dans le substrat. Ceci est à rapprocher de la figure 6 qui montre clairement une zone de mauvaise adhérence entre le film de CrN et le substrat. La forte proportion des carbures dans la matrice du substrat semble ainsi contribuer à créer des défauts, puisqu'on constate des débris du carbure de molybdène, tungstène et vanadium juste à l'interface.

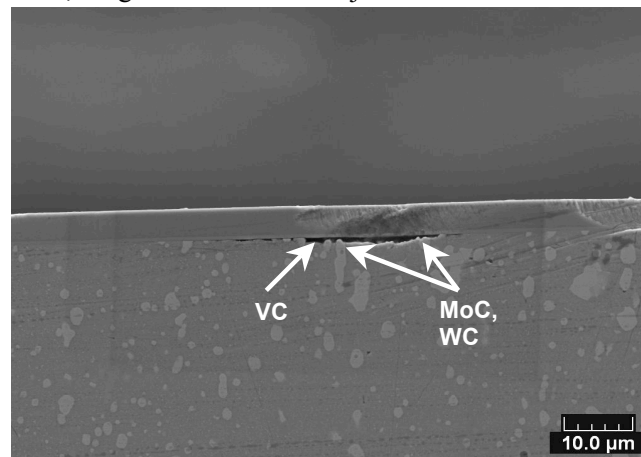


FIG. 6 : Zone de mauvaise adhérence obtenue avec un substrat M2 non traité

La microstructure du M2 trempé revenu est donc obtenue à l'issue de plusieurs traitements thermiques et étroitement liée à ces derniers. La figure 7a représente la structure martensitique sous forme de lattes obtenue après les trois revenus à 550°.

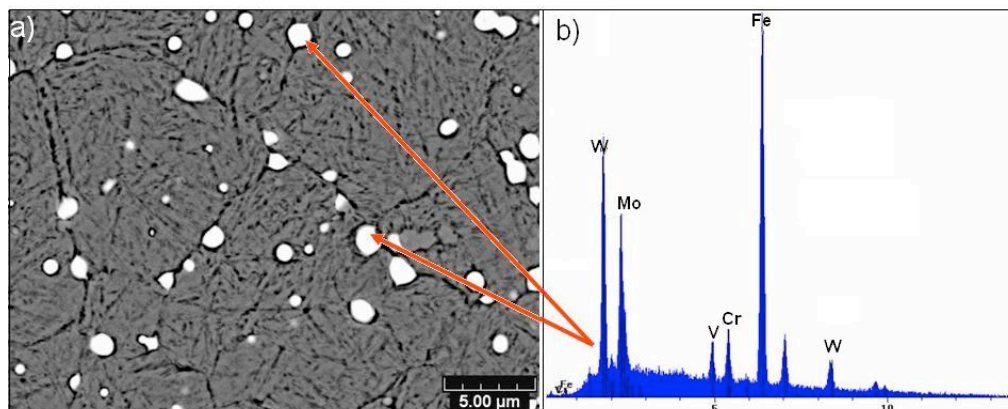


FIG. 7 : a) Micrographie obtenue par MEB sur un substrat M2 traité b) Analyse EDS

En plus de la structure martensitique, on constate une diminution importante de la quantité des carbures dans la matrice. Seuls les carbures de molybdène et de tungstène (figure 7b) apparaissent dans la matrice avec une proportion de 3,94 %. La diminution sensible du taux de carbures dans la matrice pourrait donc expliquer la bonne adhérence du dépôt de CrN et surtout la diminution des défauts d'adhérence à l'interface. Ceci pourrait ainsi contribuer à l'absence de cloque pour les films déposés sur un acier M2 traité. En effet, en l'absence de défauts d'interface, le phénomène de fatigue lié à l'application cyclique des contraintes de cisaillement à l'interface sera beaucoup plus long et difficile. En revanche, dans le cas du M2 non traité, les défauts d'adhérence nombreux et étendus pourront très rapidement croître sous l'action des contraintes à l'interface pour atteindre la taille critique qui provoquera le cloquage.

7 Conclusion

L'étude présentée ici a porté sur l'influence de la dureté et de la microstructure du substrat sur le mécanisme d'endommagement des dépôts PVD par flambement sous impacts répétés et la comparaison des résultats numériques et expérimentaux. Les travaux ont permis de mieux comprendre les phénomènes induits lors des chocs et de conforter le modèle phénoménologique proposé pour la création des cloques observées sur les dépôts. Le mécanisme est directement influencé par la plastification du substrat lors de la phase d'accommodation. En phase stabilisée, les déformations plastiques induisent un champ de contraintes de traction dans le substrat (S11) qui favorise la propagation de fissure du substrat jusqu'à l'interface et peut ainsi créer des zones de mauvaise adhérence.

L'étude de la microstructure du substrat a montré la présence d'une forte proportion de carbures dans le substrat M2 non traité. Ces carbures peuvent être à l'origine de l'amorçage et la propagation de défauts d'adhérence qui amèneront le flambement localisé du film lorsqu'ils auront atteint une taille critique.

8 Remerciements

Les auteurs remercient l'UTBM, le Pays de Montbéliard Agglomération (PMA) ainsi que la région Franche-Comté (projet ECOSURF) pour leur soutien financier. Le travail a été réalisé dans le cadre d'une thèse soutenue par le ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche. Le projet a également bénéficié du soutien d'OSEO par le biais d'une aide à l'innovation Jeune.

References

- [1] K. Fujita, A. Yoshida, *Wear* 51 (1978) 365-374.
- [2] S. Fouvry, V. Fridrici, C. Langlade, P. Kapsa, L. Vincent, *Tribology International* 39 (2006) 1005-1015.
- [3] O. Knotek, B. Bosserhoff, A. Schrey, T. Leyendecker, O. Lemmer, S. Esser, *Surface and Coatings Technology* 54-55 (1992) 102-107.
- [4] K.-. Bouzakis, N. Vidakis, D. Kallinikidis, T. Leyendecker, G. Erkens, R. Wenke, H.-. Fuss, *Surface and Coatings Technology* 108-109 (1998) 526-534.
- [5] S. lamri, C. Langlade, G. Kermouche, *Advanced Materials Research* 112 (2010) 73-82.
- [6] S. Lamri, C. Langlade, G. Kermouche, V. Martinez, *Materials Science and Engineering: A* 527 (2010) 7912-7919.
- [7] F. Ledrappier, C. Langlade, Y. Gachon, B. Vannes, *Surface and Coatings Technology* In Press, Corrected Proof (sans date).
- [8] F. Ledrappier, C. Langlade, A. Vannes, Y. Gachon, *Plasma Processes and Polymers* 4 (2007) S835-S839.
- [9] Y. Gachon, A.B. Vannes, G. Farges, M.C. Sainte Catherine, I. Caron, G. Inglebert, *Wear* 233-235 (1999) 263-274.
- [10] W. Oliver, G. Pharr, *Journal of Materials Research* 19 (2004) 3-20.
- [11] F. Grange, *Rapport Master, Ecole Nationale D'ingénieur Saint Etienne* (2010).
- [12] M. Cekada, P. Panjan, D. Kek-Merl, M. Panjan, G. Kapun, *Vacuum* 82 (2007) 252-256.